

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-083784

(43)Date of publication of application : 17.03.1992

(51)Int.Cl.

C04B 41/88

(21)Application number : 02-196998

(71)Applicant : TOKAI CARBON CO LTD

(22)Date of filing : 24.07.1990

(72)Inventor : NAKADA KUNIIHIKO

## (54) PRODUCTION OF METAL COMPOSITE CARBON MATERIAL

## (57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a metal composite material having excellent impregnation efficiency and highly dense texture by using a carbon material produced under a specific condition and impregnating a molten metal into texture pores of the material under pressure.

CONSTITUTION: In impregnating a molten metal into texture pores of a carbon material to give a composite material, the following method is carried out. Namely, carbonaceous molding powder is molded by a rubber press, burnt and carbonized to give a carbon material, which is further heat-treated in nonoxidizing atmosphere in the temperature range higher than the burning and carbonizing temperature and the prepared carbonaceous material is used as the carbon material. Selection and use of coke fine powder of mosaic texture not causing heat shrinkage in the temperature range of 1,000-1,700°C as coke fine powder constituting the carbonaceous molding powder is a preferable important matter for this purpose.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

**WEST****End of Result Set**

Generate Collection

Print

L8: Entry 1 of 1

File: DWPI

May 8, 2000

DERWENT-ACC-NO: 1992-138915

DERWENT-WEEK: 200027

COPYRIGHT 2002 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Metal composite carbon@ material prodn. - using carbon@ matrix obtd. by rubber pressing carbonaceous moulding powder, firing and heat treating in non-oxidising atmos.

PATENT-ASSIGNEE: TOKAI CARBON KK (TOJW)

PRIORITY-DATA: 1990JP-0296998 (July 24, 1990), 1990JP-0196998 (July 24, 1990)

## PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP 3038489 B2	May 8, 2000		004	C04B041/88
JP <u>04083784</u> A	March 17, 1992		004	

## APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DATE	APPL-NO	DESCRIPTOR
JP 3038489B2	July 24, 1990	1990JP-0196998	
JP 3038489B2		JP 4083784	Previous Publ.
JP 04083784A	July 24, 1990	1990JP-0296998	

INT-CL (IPC): C04B 41/88

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 04083784A

## BASIC-ABSTRACT:

Metal composite C-material is made by forced impregnating a molten metal into the structure pores of a C-matrix. The C-matrix is a carbonaceous material obtd. by rubber pressing carbonaceous moulding powder, firing for carbonisation, and heat treating the carbonised C-material in non-oxidising atmos. at temps. lower than the carbonisation temps.

USE - Used for making high density metal composite C-material.

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 04083784A

## EQUIVALENT-ABSTRACTS:

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/0

DERWENT-CLASS: L02 M22

CPI-CODES: L02-H04; L02-J01D; M22-G03K;

⑤ Int.Cl.<sup>5</sup>

C 04 B 41/88

識別記号

V

庁内整理番号

8821-4G

④ 公開 平成4年(1992)3月17日

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全4頁)

⑭ 発明の名称 金属複合カーボン材の製造方法

⑰ 特 願 平2-196998

⑱ 出 願 平2(1990)7月24日

⑲ 発 明 者 中 田 邦 彦 静岡県御殿場市川島田929-18

⑳ 出 願 人 東海カーボン株式会社 東京都港区北青山1丁目2番3号

㉑ 代 理 人 弁理士 高畑 正也

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

金属複合カーボン材の製造方法

## 2. 特許請求の範囲

1. カーボン基材の組織気孔中に熔融金属を加圧含浸して複合化する方法において、炭素質成形粉をラバープレスで成形したのち焼成炭化したカーボン材を更に非酸化性雰囲気下で前記焼成炭化の温度以上の温度域で熱処理した炭素質材料をカーボン基材として用いることを特徴とする金属複合カーボン材の製造方法。

2. 炭素質成形粉が、1000～1700℃の温度域で熱収縮を起こすコークス微粉末により構成されたものである請求項1記載の金属複合カーボン材の製造方法。

## 3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、カーボン基材の組織気孔中に各種金属を熔融状態で強制含浸して高緻密質の金属複合カーボン材を製造するための方法に関する。

(従来の技術)

一般にカーボン材は組織的に微細な気孔が分布する多孔質構造を有しているため、密度、強度等の特性あるいは摺動性、耐摩耗性等の物性を改善する目的で気孔中に金属物質を含浸して複合化する方法を採ることがある。

この場合の金属含浸処理は、通常、処理すべきカーボン基材をオートクレーブのような高圧容器にセットし、予め真空脱気したのち熔融金属を注湯してカーボン材が溶湯に浸漬した状態で圧力を加え、一定時間熱圧を保持したら温度および圧力を降下させ、容器内の温度が100℃以下に降下した時点で含浸カーボン材を取り出す工程によっておこなわれる。

ところが、熔融金属はカーボン材に対する界面濡れ性が悪いために含浸が円滑に進行せず、また金属はカーボン材に比べ熱膨張率が大きい関係で

熔融金属を強制含浸させても冷却過程における著しい収縮現象のためポアが完全に充填されない等の問題がある。

このため、カーボン基材を予め金属塩溶液で処理することにより含浸する熔融金属との濡れ性を改善する方法(特開昭61-136644号公報)や、熔融金属の含浸圧力を高めるなどの改良手段が試みられている。

(発明が解決しようとする課題)

しかしながら、従来の改良手段では含浸上の改善効果は認められるものの、気孔率が1%以下で平均気孔径が $0.03\mu\text{m}$ を下回るような高緻密組織の複合材質を得ることは困難である。

本発明は、カーボン基材の材質性状が複合組織の緻密化に大きな影響を与える点に着目して研究を重ねた結果開発に至ったもので、その目的は、気孔率1%以下、平均気孔径 $0.03\mu\text{m}$ 未満の高緻密組織を備える金属複合カーボン材の製造方法を提供するところにある。

(課題を解決するための手段)

粒径 $40\sim 80\mu\text{m}$ の範囲に設定することが好ましい。

炭素質成形粉は、所定形状のラバーケースに充填し、ラバープレス(冷間静水圧プレス、CIP)を用いて成形したのち、得られた等方性の生カーボン成形体を非酸化性雰囲気下で $1000^{\circ}\text{C}$ 近辺の温度により焼成炭化して等方組織のカーボン材を形成する。

ついで、該カーボン材を更に非酸化性雰囲気下で前記の焼成炭化処理時の温度以上の温度域、望ましくは $1200\sim 1700^{\circ}\text{C}$ の範囲で熱処理してカーボン基材を作製する。

含浸処理は、カーボン基材をオートクレーブのような高圧容器の内部にセットし、容器内を予め真空引きして脱気処理したのち熔融金属を注入してカーボン基材を金属浴場に浸漬させた状態で圧力を加え、熔融金属をカーボン材の気孔組織内部に強制的に圧入することによっておこなわれる。

含浸する金属類としては、例えばアルミニウム、アンチモン、錫、鉛、亜鉛、銅またはこれらの合

上記の目的を達成するための本発明による金属複合カーボン材の製造方法は、カーボン基材の組織気孔中に熔融金属を加圧含浸して複合化する方法において、炭素質成形粉をラバープレスで成形したのち焼成炭化したカーボン材を更に非酸化性雰囲気下で前記焼成炭化の温度以上の温度域で熱処理した炭素質材料をカーボン基材として用いることを構成上の特徴としている。

本発明のカーボン基材は、次のようにして形成される。

炭素質成形粉には、微粉状の石油コークスまたはピッチコークスとピッチバインダーとの捏合物を微粉砕した二次粒子、もしくは適度の揮発分をもつ自己焼結性で異方性の小さな生コークスを微粉砕した一次粒子などが用いられる。この際、炭素質成形粉を構成するコークス微粉末として $1000\sim 1700^{\circ}\text{C}$ の温度域において熱収縮を起こすモザイク組織のものを選択使用することが本発明の目的に対して好適な要件となる。また、成形粉の粉砕粒度は、最大粒径 $500\mu\text{m}$ 以下、平均

金などが使用される。

含浸時の条件として、熔融金属の加熱温度を使用する金属の融点より $100\sim 200^{\circ}\text{C}$ 高くすることが好適で、この条件設定により含浸の効率を向上させることができる。

(作 用)

本発明によれば、金属含浸の対象となるカーボン基材として炭素質成形粉をラバープレスで成形したのち焼成炭化した等方性カーボン材を更に焼成炭化温度以上の温度で熱処理した炭素質材料が適用されるが、等方性カーボン材は後段の熱処理過程を通じて炭素質成形粉を構成するコークス粉末の熱収縮により等方的な組織の締り現象を生じる。該組織の締り現象は、炭素質成形粉が $1000\sim 1700^{\circ}\text{C}$ の温度域で熱収縮を起こすコークス微粉末で構成する場合には特に効果的に現出し、熔融金属の含浸に好適な気孔性状と密度組織をもつカーボン基材を形成するための作用をなす。

この作用を介して熔融金属の含浸が円滑に進行し、常に気孔率1%以下で平均気孔径 $0.03\mu\text{m}$

■を下廻る高緻密質の金属含浸カーボン材を製造することが可能となる。

(実施例)

以下、本発明の実施例を比較例と対比して説明する。

実施例 1

1200～2000℃における体積収縮率が約80%の石油コークス微粉末70重量%とタールピッチ30重量%を捏合機で十分に混練し、冷却後、最高粒径500 $\mu$ m以下、平均粒径60 $\mu$ mの二次粒子に微粉砕して炭素質成形粉とした。該炭素質成形粉をラバーケースに充填し、内部を真空引きして吸蔵ガス成分を減圧脱気したのち密封してラバープレスに装入し、1000kg/cm<sup>2</sup>の静水圧により等方的に加圧して生成形体を形成した。引き続き生成形体を焼成炉に移し、不活性雰囲気下で1000℃の温度により焼成炭化して等方性カーボン材を得た。このカーボン材の特性は、嵩密度1.65g/cm<sup>3</sup>、曲げ強度550kg/cm<sup>2</sup>、気孔率11.0%、平均気孔径3.0 $\mu$ mの特性を

備えるものであった。

ついで上記のカーボン材を再び焼成炉に入れ、1000℃までは20℃/min.、1600℃までは10℃/min.の各昇温速度で温度を上昇し、1600℃の温度に1時間保持して熱処理をおこなった。

熱処理後の炭素質材料の特性は、嵩密度1.77g/cm<sup>3</sup>、気孔率10.7%、平均気孔径3.0 $\mu$ mに変化し、組織の締まりが認められた。

上記の炭素質材料をカーボン基材としてオートクレーブ(最高温度:1600℃、最高圧力:150kg/cm<sup>2</sup>)にセットし、系内を真空度0.1Torrの条件で真空脱気したのち、1200～1300℃に加熱された銅(純度:99.99%、比重:8.93g/cm<sup>3</sup>、融点:1083℃)の溶湯を注入してカーボン基材を浸漬した。オートクレーブを前記温度に保持しながら150kg/cm<sup>2</sup>の圧力をかけ、3時間含浸処理をおこなった。

このようにして製造された銅複合カーボン材の各種特性を測定し、その結果を表1に示した。

実施例 2

実施例1と同一条件で形成した等方性カーボン材を再び焼成炉に入れ、1000℃までは20℃/min.、1800℃までは10℃/min.の昇温速度で温度上昇し、1800℃の温度に1時間保持して熱処理をおこなった。熱処理した炭素質材料は、嵩密度1.77g/cm<sup>3</sup>、気孔率11.0%、平均気孔径3.2 $\mu$ mであった。

この炭素質材料をカーボン基材とし、実施例1と同一の条件により銅溶湯を含浸処理した。得られた銅複合カーボン材の各種特性を、表1に併載した。

比較例 1

実施例1と同一条件で形成した等方性カーボン材を熱処理することなしにそのままカーボン基材とし、実施例1と同一プロセスによって銅を含浸処理した。

この条件で得られた銅複合カーボン材の各種特性を表1に併載した。

比較例 2

押出成形法を適用して製造した嵩密度1.78kg/cm<sup>3</sup>、曲げ強度210kg/cm<sup>2</sup>、気孔率17.0%、平均気孔径1.2 $\mu$ mの黒鉛材をカーボン基材とし、実施例1と同様にして銅の溶湯を含浸処理した。

得られた銅複合カーボン材の各種特性を表1に併載した。

比較例 3

モールド成形法を適用して製造した嵩密度1.61kg/cm<sup>3</sup>、曲げ強度250kg/cm<sup>2</sup>、気孔率25.2%、平均気孔径2.0 $\mu$ mの黒鉛材をカーボン基材とし、実施例1と同様にして銅の溶湯を含浸処理した。

得られた銅複合カーボン材の各種特性を表1に併載した。

表 1

例 項目	実 施 例		比 較 例		
	1	2	1	2	3
含浸率 (%)	91.6	92.3	60.4	50.0	80.0
層密度 (g/cm <sup>2</sup> )	2.59	2.70	2.30	2.19	3.37
気孔率 (%)	0.8	0.9	4.5	8.5	5.4
平均気孔径 (nm)	0.02	0.02	0.06	0.05	0.04
曲げ強度 (kg/cm <sup>2</sup> )	1350	1170	884	530	517
弾性率 (kg/mm <sup>2</sup> )	2100	1850	1680	1400	1500
比抵抗 (×10 <sup>-4</sup> Ωcm)	5.6	5.3	14.6	1.0	0.7

表1の結果から、本発明によるカーボン基材を用いた実施例1、2では含浸率が高く、得られた銅複合カーボン材は気孔率が1%以下、平均気孔径0.03μm未満の高級密組織を有し、曲げ強度も優れていることが認められる。これに対し、比較例では気孔率1%以下の特性は得られておらず、曲げ強度なども相対的に低いことが判明する。(発明の効果)

以上のとおり、本発明によれば特定の条件下で作製されたカーボン基材を用いることにより、常に優れた含浸効率で、気孔率1%以下、平均気孔径0.03μm未満の均質組織を備える複合材を製造することが可能となる。したがって、工業的レベルで高級密性の金属複合カーボン材を生産することができる。

出願人 東海カーボン株式会社

代理人 弁理士 高 畑 正 也